

Requested Patent: JP1263545A

Title: HEAT FLUX TYPE DIFFERENTIAL SCANNING CALORIMETER ;

Abstracted Patent: JP1263545 ;

Publication Date: 1989-10-20 ;

Inventor(s): SENDA TETSUYA ;

Applicant(s): RIGAKU KEISOKU KK ;

Application Number: JP19880090330 19880414 ;

Priority Number(s): ;

IPC Classification: G01N25/20 ;

Equivalents: ;

#### ABSTRACT:

**PURPOSE:** To enable the accurate measurement even upto a high temperature, by a construction wherein a heat-sensitive plate is formed of an alloy of platinum and rhodium, and alloy wires formed of gold and palladium are attached in one end to a setting part for a sample and a standard sample on the heat-sensitive plate, while these two alloy wires are connected in the other end to an output detector of a differential thermocouple.

**CONSTITUTION:** A heat-sensitive plate 4 formed of an alloy of platinum and rhodium is provided inside a bottomed cylindrical vessel 1 made of silver. Besides, thermocouple conductors 9 and 10 formed of an alloy of gold and palladium are fused in one end on the lower surfaces of protuberant parts 5 and 6 formed in the heat-sensitive plate 4, while they are connected in the other end to an output detector 11 of a differential thermocouple through a hole 2. While the temperature of the vessel 1 is increased at a prescribed rate by heating it by an electric heating wire 3, a potential difference between the conductors 9 and 10 of the detector 11 is detected. Then a potential difference corresponding to the temperature of a sample 7 or a standard sample 8 occurs between the heat-sensitive plate 4 and the conductor 9 or 10, and the temperature of the sample 7 can be detected by the detector 11.

## ⑫ 公開特許公報(A) 平1-263545

⑤ Int.Cl.<sup>4</sup>

識別記号

庁内整理番号

④ 公開 平成1年(1989)10月20日

G 01 N 25/20

C-8204-2G

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全3頁)

⑤ 発明の名称 熱流束形示差走査熱量計

② 特 願 昭63-90330

② 出 願 昭63(1988)4月14日

⑦ 発 明 者 千 田 哲 也 東京都秋川市雨間776-8

⑦ 出 願 人 理学計測株式会社 東京都昭島市松原町3丁目9番12号

⑦ 代 理 人 弁理士 益田 龍也

## 明 細 書

## 1、発明の名称

熱流束形示差走査熱量計

## 2、特許請求の範囲

炉の中に配置して試料および標準試料を載置する感熱板を白金とロジウムとの合金で形成すると共に上記感熱板における試料および標準試料の載置部に金とパラジウムとよりなる合金線的一端をそれぞれ添着して、この2本の合金線の他端を示差電対の出力検出器に接続したことを特徴とする熱流束形示差走査熱量計

## 3、発明の詳細な説明

本発明は任意の物質の温度変化に伴う熱量変化を、標準試料との間の温度差によって検出する装置に関する。

このような従来の熱流束形示差走査熱量計は炉の中に水平に設置されたコンスタンタンまたは金-パラジウム合金の感熱板上に試料と標準試料とを載置して、それらの下部における感熱板の温度差を検出する構成であった。しかし前者は感熱板

のコンスタンタンが400～500度の比較的低い温度で酸化して黒化するために、熱の輻射率が変化して測定曲線のベースラインに変動を生じやすく、正確な測定を行い得えない欠点があった。かつ耐食性が低いために試料から発生するガスあるいは試料自体の接触等で短期間に腐食すると共に500度以上の温度では酸化による劣化が甚だしいために不活性ガスを流通させなければならない等の欠点がある。また金-パラジウム合金の感熱板は250度程度の比較的低い温度で酸化すると共にこれによる発熱を生じてその熱が検出曲線に影響し、測定の障害となる欠点がある。従って本発明はこのような欠点を伴うことなく、容易に正確な測定を行うことの出来る熱流束形の示差走査熱量計を提供するものである。

本発明は試料および標準試料を載置して、それらの載置部の温度を検出する感熱板を白金とロジウムとの合金で形成すると共にその試料および標準試料の載置部に金とパラジウムとの合金線的一端をそれぞれ添着して、この2本の合金線の他端を

示差熱電対の出力検出部に接続したものである。すなわち金-パラジウム合金線と白金-ロジウム合金の感熱板とがそれぞれ熱電対を形成するから、2本の金-パラジウム合金線を示差熱電対の出力検出部に接続することによって、試料と標準試料との間の温度差を測定することができる。しかも感熱板を形成する白金-ロジウム合金は耐酸化性を有し、数百度の低い温度で容易に黒化するようなおそれがないと共に耐腐食性も優れている。かつ金-パラジウム合金と白金-ロジウム合金とからなる熱電対は従来のクロメル-アルメル熱電対あるいは金とパラジウムと白金および金とパラジウムの各合金よりなるプラチネル熱電対等に比較して感度が約20%高く、精密な測定を行うことができると共に高純度の材料を容易に得られる等の効果もある。

第1図は本発明実施例の縦断面図、第2図は第1図のA-A断面図である。すなわち銀で作られた有底円筒状容器1の底面に熱電対の端子導線を引き出すための孔2を設けると共に外側には電熱

度で上昇させると共に示差熱電対出力検出器11で金-パラジウム合金よりなる熱電対導線9および10の間の電位差を検出すると、感熱板4と導線9または10の間にはそれぞれ試料7または標準試料8の温度に対応した電位差が生ずるから、上記検出器11にはこれらの差に相当する電位差が加わって、その間の温度差を知ることができる。また熱電対導線9と12の間の電位差によって試料7の温度が検出されるから、これらの出力を記録することにより、熱流束形示差走査熱量の測定が行われる。

かつ上述のような装置においては、感熱板4が白金とロジウムとの合金で作られているために、その耐酸化性および耐腐食性が極めて高く、数百度において黒化あるいは変質するようなおそれがなく、高温まで正確な測定を行うことができる。また白金-ロジウム合金と金-パラジウム合金とからなる熱電対は、これらを例えば白金87%とロジウム13%および金65%とパラジウム35%の合金とした場合に、周知のアルメル-クロメ

ル熱電対あるいは金-パラジウム-白金の合金との合金で形成された感熱板4を水平に配置してある。またこの感熱板には適当な間隔をもって2つの隆起部5および6を対称的に形成して、その上に任意の試料7とこの試料に対する標準試料8とを図のように直接あるいは適当な皿等に収容して設置するようにしてある。更に上記隆起部5、6の下面には金とパラジウムとの合金よりなる熱電対導線9および10の一端をそれぞれ熔着し、これらの他端を孔2から引き出して示差熱電対の出力検出器11に接続してある。また上記熱電対導線9、10を感熱板4に熔着した部分には、必要に応じて白金とパラジウムおよび金の合金よりなる他方の熱電対導線12および13の一端を更に熔着し、導線13を容器1に熔着すると共に導線9および12を試料温度測定用の熱電対出力検出器14に接続してある。なお容器1には蓋体15を嵌装して試料を密閉する。

このような装置において、電熱線3で容器1を加熱することにより、その温度を例えば一定の速

度で上昇させると共に示差熱電対出力検出器11で金-パラジウム合金よりなる熱電対導線9および10の間の電位差を検出すると、感熱板4と導線9または10の間にはそれぞれ試料7または標準試料8の温度に対応した電位差が生ずるから、上記検出器11にはこれらの差に相当する電位差が加わって、その間の温度差を知ることができる。また熱電対導線9と12の間の電位差によって試料7の温度が検出されるから、これらの出力を記録することにより、熱流束形示差走査熱量の測定が行われる。

#### 4、図面の簡単な説明

第1図は本発明実施例の縦断面図、第2図は第1図のA-A断面図である。なお図において、7は試料、8は標準試料、4は感熱板、9、10は金-パラジウム合金の熱電対導線、12、13は白金-パラジウム-金の熱電対導線である。

特許出願人 理学計測株式会社

代理人 弁理士 益 田 龍 也



